

attachment



中华人民共和国行业标准

ZB / T E13 004—90

该标准经清理整顿后转为石油天然气标准
标准号为: SY/T5621-93

钻井液测试程序

1990-02-27 发布

1990-07-01 实施

中华人民共和国能源部 发布

目 次

1 主题内容与适用范围	(1)
第一篇 钻井液性能测试方法	
2 密度的测定	(1)
3 粘度和切力的测定	(1)
4 滤失量的测定	(3)
5 pH 值的测定	(5)
6 液相和固相含量的测定	(5)
7 含砂量的测定	(6)
8 吸蓝量的测定	(6)
9 电稳定性的测定 (用于油包水钻井液)	(8)
第二篇 钻井液滤液分析方法	
10 试样	(8)
11 仪器和器皿	(8)
12 试剂及溶液	(9)
13 标准溶液标定	(9)
14 试验方法	(11)
附录 A 钻井液用水试验报告格式 (补充件)	(16)
附录 B 钻井液滤液试验报告格式 (补充件)	(17)
附录 C 钻井液用水水型分类 (补充件)	(18)
附录 D 钻井液中石灰和石膏的测定 (参考件)	(19)
附录 E 系数的推导 (参考件)	(20)

中华人民共和国行业标准

ZB / T E13 004—90

钻井液测试程序

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钻井液的测试方法及钻井液用水中常见离子的分析方法。

本标准适用于钻井液在实验室和井场的性能测试，以及钻井液滤液和钻井液用水的分析。

第一篇 钻井液性能测试方法

2 密度的测定

2.1 符号及单位

密度以 ρ 表示，单位为 g/cm^3 。

2.2 仪器

- a. 密度计：灵敏度为 $\pm 0.01\text{g}/\text{cm}^3$ ，主要部件：带刻度臂梁、刀口、样品杯、杯盖、平衡圆柱、游码、底座、刀垫等；
- b. 温度计：量程为 $0\sim 100^\circ\text{C}$ ，分度值为 1°C ；
- c. 量杯：1000mL。

2.3 试验步骤

- 2.3.1 将密度计底座放置在水平面上。
- 2.3.2 用量杯量取钻井液，测温并记录钻井液温度。
- 2.3.3 在密度计的样品杯中注满钻井液，盖上杯盖，慢慢拧动压紧，为使样品杯中无气泡，必须使过量的钻井液从杯盖的小孔中流出。
- 2.3.4 用手指压住杯盖小孔，用清水冲洗并擦干样品杯外部。
- 2.3.5 把密度计的刀口放在底座的刀垫上，移动游码，直到平衡（水平泡位于中央）。
- 2.3.6 记录读数。
- 2.3.7 倒掉钻井液，将仪器洗净，擦干以备。
- 2.4 校正
- 2.4.1 用淡水注满洁净、干燥的样品杯。
- 2.4.2 盖上杯盖并擦干样品杯外部。
- 2.4.3 把密度计的刀口放在刀垫上，将游码左侧边线对准刻度 $1.00\text{g}/\text{cm}^3$ 处，观察密度计是否平衡（平衡时水平泡位于中央）。
- 2.4.4 如不平衡，在平衡圆柱上加上或取下一些铅粒，使之平衡。

3 粘度和切力的测定

3.1 符号及单位

- a. 漏斗粘度：以 FL 表示，单位为 s；
- b. 表观粘度：以 AV 表示，单位为 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ ；
- c. 塑性粘度：以 PV 表示，单位为 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ ；

ZB / T E13 004—90

- d. 动切力: 以 YP 表示, 单位为 Pa;
e. 静切力: 以 $G_{10'}$ (10s 切力) 和 $G_{10'}$ (10min 切力) 表示, 单位为 Pa。

3.2 漏斗粘度

3.2.1 仪器

- a. 马氏漏斗: 圆锥形漏斗长 305mm, 上口直径 152mm, 筛网下容量 1500mL, 金属或塑料制成; 流出口长 50.8mm, 内径 4.7mm; 筛网孔径 1.6mm, 高度 19.0mm;
b. 刻度杯: 1000mL, 金属或塑料制成;
c. 秒表: 灵敏度为 0.1s;
d. 温度计: 量程为 0~100℃, 分度值为 1℃。

3.2.2 试验步骤

3.2.2.1 用手指堵住流出口, 把新取的钻井液倒入洁净、干燥并垂直向上的漏斗中, 直到刚好注满筛子底部为止, 把刻度杯置于流出口下。

3.2.2.2 移去手指并同时计时, 记录注满 1000mL 刻度杯的时间 (单位: s)。

3.2.2.3 测量并记录钻井液温度。

3.2.3 校正

按 3.2.2 条步骤测定淡水的马氏漏斗粘度, 在 $24 \pm 3^\circ\text{C}$ 下应为 $28 \pm 0.5\text{s}$ 。

3.3 表观粘度、塑性粘度、切力的测定

3.3.1 仪器

- a. 直读式粘度计: 范 (Fann) 35 型或同类产品;
b. 秒表: 灵敏度为 0.1s;
c. 样品杯: 350~500mL;
d. 温度计: 量程为 0~100℃, 分度值为 1℃。

3.3.2 试验步骤

3.3.2.1 将待测定钻井液倒入样品杯后放置在仪器的样品杯托架上, 调节高度使钻井液的液面正好在转筒的测量线处。在实验室, 钻井液在测定前应用高速搅拌器搅拌 5min, 测定温度应在 $24 \pm 3^\circ\text{C}$ (或所需温度范围之内); 在井场, 测定应在取样后尽可能短 (如 5min 之内) 的时间内进行, 测定温度应与取样位置的钻井液温度接近 (温度差值不应超过 6°C), 并在报告中注明取样位置, 记录钻井液温度。

3.3.2.2 将粘度计的转速调至 600r/min, 待读值稳定后读取并记录。

3.3.2.3 将转速调至 300r/min, 待读值稳定后读取并记录。

3.3.2.4 如需要, 按相同方法读取并记录 200, 100, 6, 3r/min 的读值。

3.3.2.5 在 600r/min 下搅拌 10s, 静止 10s 后在 3r/min 下读取并记录最大读值, 再在 600r/min 搅拌 10s, 并静置 10min 后读值并记录 3r/min 下的最大读值。

3.3.3 计算

$$AV = \frac{1}{2} \Phi_{600} \dots\dots\dots (1)$$

$$PV = \Phi_{600} - \Phi_{300} \dots\dots\dots (2)$$

$$YP = \frac{1}{2} (\Phi_{300} - PV) \dots\dots\dots (3)$$

$$G_{10'} = \frac{1}{2} \Phi_{3.1} \dots\dots\dots (4)$$

$$G_{10'} = \frac{1}{2} \Phi_{3.F} \dots\dots\dots (5)$$

ZB / T E13 004—90

式中: Φ_{600} ——600r/min 下的读值;
 Φ_{300} ——300r/min 下的读值;
 $\Phi_{3, F}$ ——静止 10s 后 3r/min 下的读值;
 $\Phi_{3, F}$ ——静止 10min 后 3r/min 下的读值。

4 滤失量的测定

4.1 符号及单位

滤失量以 FL 表示, 单位为 mL。

4.2 室温中压滤失量

指在室温、压力为 $690 \pm 35\text{kPa}$ 条件下的滤失量。

4.2.1 仪器

- a. 室温中压滤失仪: 包括压滤器、支架、垫圈等, 并带有压力源; 压滤器容积为 300~400mL, 直径 76.2mm, 高度大于 64.0mm, 过滤面积为 $4580 \pm 60\text{mm}^2$, 用耐腐蚀材料制成;
- b. 滤纸: 瓦特曼 (Whatman) 50 型或相当的产品;
- c. 秒表: 灵敏度为 0.1s;
- d. 刻度量筒: 容量为 10~25mL, 分度值为 0.2mL;
- e. 钢板尺: 刻度值为 1mm。

4.2.2 试验步骤

不同厂家生产的滤失仪形状略有不同, 试验步骤大同小异, 可参照本步骤执行。

4.2.2.1 在洁净、干燥的压滤器内放一张干燥的滤纸, 将垫圈等按顺序装配好。

4.2.2.2 将已用高速搅拌器搅拌 1min 后的钻井液倒入压滤器中, 使钻井液液面距顶部为 1cm, 盖好盖并把刻度量筒放在滤失仪流出口下面。

4.2.2.3 迅速加压并记时, 所加压力为 $690 \pm 35\text{kPa}$ ($6.81 \pm 0.34\text{atm}$)。压力源可用氮气、二氧化碳气体或压缩空气, 禁用氧气。

4.2.2.4 当滤出时间到 30min 时, 将滤失仪流出口上的残流液滴收集到量筒中, 移去量筒, 读取并记录所采集的滤液的体积 (单位: mL), 同时测定并记录钻井液的温度。关闭压力源, 放掉压滤器中的压力, 取下压滤器, 倾去其中的钻井液, 小心取出带有泥饼的滤纸, 用水冲去滤饼表面上的浮泥, 用钢板尺测量并记录滤饼厚度 (单位: mm), 观察并记录滤饼质量好坏 (硬、软、韧、松等)。

注: 如滤失量大于 8mL, 可测定 7.5min 的滤失量, 其值乘 2 可得到 30min 滤失量的近似值, 但通常应进行 30min 滤失量的测定。

4.2.2.5 冲洗并擦净压滤器。

4.3 高温高压滤失量

目前是测定三种温度 (150°C , $150 \sim 200^\circ\text{C}$, $200 \sim 250^\circ\text{C}$) 条件下, 压差为 3450kPa 时的滤失量。

4.3.1 仪器

a. 高温高压滤失仪: 主要组成件是, 一个可承受 7092~10132kPa 压力的钻井液压滤器, 一套加热系统, 一个能承受 3546kPa 压力的滤液接收器, 并备有压力源、调压器等;

b. 过滤介质: 当测试温度在 200°C 以下时, 用瓦特曼 (Whatman) 50 型滤纸或同类产品; 当测试温度在 200°C 以上, 用戴纳劳依 (Dynalloy) X-5 型不锈钢多孔圆盘或同类产品;

c. 秒表: 灵敏度为 0.1s;

d. 金属温度计: 量程 $0 \sim 250^\circ\text{C}$, 两支;

e. 量筒: 25mL 或 50mL;

f. 高速搅拌器: 在负载情况下转速为 $11000 \pm 300\text{r/min}$, 搅拌轴装有单个波形叶片, 叶片直径

ZB / T E13 004—90

为 2.5cm, 质量为 5.5g; 带有样品杯, 其高 18cm, 上端直径 9.7cm, 下端直径 7.0cm, 用不锈钢或耐腐蚀材料制成;

g. 钢板尺: 刻度值为 1mm。

4.3.2 150℃ 滤失量的试验步骤

4.3.2.1 把温度计插入钻井液压滤器外加热套的温度计插孔中, 接通电源, 预热至略高于所需温度 (高 5~6℃)。

4.3.2.2 将待测钻井液高速搅拌 1min 后, 倒入压滤器中, 使钻井液液面距顶部约 13mm, 放好滤纸, 盖好杯盖, 用螺丝固定。

4.3.2.3 将上、下两个阀杆关紧, 放进加热套中, 把另一支温度计插入压滤器上部温度计的插孔中。

4.3.2.4 连接气源管线, 把顶部和底部压力调节至 690kPa (6.81atm), 打开顶部阀杆, 继续加热至所需温度 (样品加热时间不要超过 1h)。

4.3.2.5 待温度恒定后, 将顶部压力调节至 4140kPa (40.86atm)。打开底部阀杆并记时, 收集 30min 的滤出液。在试验过程中温度应在所需温度的 $\pm 3^\circ\text{C}$ 之内。如滤液接收器内的压力超过 690kPa (6.81atm), 则小心放出一部分滤液以降低压力至 690kPa (6.81atm)。记录 30min 收集的滤液体积 (单位: mL)、压力 (单位: kPa)、温度和时间。

4.3.2.6 滤液体积应被校正成过滤面积为 4580mm² 时的滤液体积。如果所用滤失仪的过滤面积为 2258mm², 则将所得结果乘以 2 即得高温高压滤失量。

4.3.2.7 试验结束后, 关紧顶部和底部阀杆, 关闭气源、电源, 取下压滤器, 并使之保持直立的状态冷却至室温, 放掉压滤器内的压力, 小心取出滤纸, 用水冲洗滤饼表面上的浮泥, 测量并记录滤饼厚度 (单位: mm) 及质量好坏 (硬、软、韧、松等), 洗净并擦干压滤器。

4.3.3 150℃ 以上高温高压滤失量的试验步骤

与 4.3.2 条所述基本相同, 不同点有:

a. 钻井液液面至压滤器顶距离至少应为 38mm。

b. 底部回压及顶部压力应根据所需温度选定 (见表 1), 顶部和底部压差为 3450kPa (34.05atm)。

表 1 不同测试温度下的推荐回压值

测试温度 ℃	水蒸气压 kPa (atm)	推荐最小回压 kPa (atm)
100	101 (1.00)	690 (6.81)
121	207 (2.04)	690 (6.81)
149	462 (4.56)	690 (6.81)
177	932 (9.20)	1104 (10.90)
204	1704 (16.82)	1998 (18.73)
232	2912 (28.74)	3105 (30.64)

注: 1. 测试条件不能超过所用仪器生产厂推荐的最高温度、压力和体积。

2. 不同厂家生产的高温高压滤失仪形状略有不同, 试验步骤大同小异, 可参照本步骤执行。

c. 测定温度在 200℃ 以上时, 滤纸下面应垫上戴纳劳依 (Dynalloy) X—5 型不锈钢多孔圆盘或同类产品。

ZB / T E13 004—90

5 pH值的测定

5.1 用酸度计测pH值

5.1.1 仪器

- a. 酸度计: pH值范围为0~14;
- b. 缓冲液: pH分别为4.0, 7.0, 10.0;
- c. 蒸馏水或去离子水;
- d. 软纱布;
- e. 温度计: 量程0~100℃, 分度值为1℃。

5.1.2 试验步骤

按所用仪器操作说明进行。

5.2 用pH试纸测定pH值

5.2.1 取一条约25mm长的pH试纸缓慢地放在待测样品表面。

5.2.2 使滤液充分浸透并使之变色(不能超过30s)。

5.2.3 将变色后的试纸与色标进行对比, 读取并记录pH值。

5.2.4 如果试纸变色不好对比, 则取较接近的精密pH试纸重复以上试验。

注: 用pH试纸测定水基钻井液的pH值, 通常只能测到0.5pH单位, 如需精确测定, 应使用酸度计。

6 液相和固相含量的测定

6.1 符号和单位

钻井液的含水量以 V_w 表示; 钻井液的含油量以 V_o 表示; 钻井液的固相含量以 V_s 表示, 数值均以百分数表示。

6.2 仪器与试剂

- a. 固相含量测定仪: 范氏(Fann)固相含量测定仪或同类产品;
- b. 量筒: 容量等于固相含量测定仪所取钻井液体积的用量;
- c. 消泡剂;
- d. 润湿剂;
- e. 耐高温硅酮润滑剂。

6.3 试验步骤

6.3.1 将样品杯内部和螺纹处用耐高温硅酮润滑剂涂敷一层, 以便于清洗和减少样品蒸馏时的蒸汽损失。

6.3.2 在样品杯内注满钻井液(为了除泡, 可加入2~3滴消泡剂, 并缓慢搅拌)。

6.3.3 再向样品杯中加入一滴消泡剂并把盖子盖好, 轻轻转动盖子直至完全封住为止。注意不要堵住盖子上的小孔, 安装好蒸馏器。

6.3.4 把洁净、干燥的量筒放在蒸馏器冷凝器的排出口下, 加入两滴润湿剂以便油水分离。

6.3.5 接通电源, 开始加热蒸馏, 直至量筒内的液面不再增加后再继续加热10min, 记录收集到的油水体积(单位: mL)。

6.3.6 待冷却后, 拆开样品杯并彻底洗净。

6.4 计算

根据收集到的油、水体积和所用钻井液体积, 按下式计算出钻井液中油和水的体积百分数:

$$V_w = \frac{V_w}{V_{\text{总}}} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

ZB / T E13 004—90

$$V_o = \frac{V_{油}}{V_{样}} \times 100 \quad (7)$$

$$V_s = 100 - (V_w - V_o) \quad (8)$$

式中: $V_{样}$ ——样品体积, mL;

$V_{水}$ ——蒸馏得到的水体积, mL;

$V_{油}$ ——蒸馏得到的油体积, mL.

注: 固相体积百分数为样品总体积与油水体积的差值, 包括了悬浮固相(加重材料和低密度固相)和一些可溶性物质, 如盐等.

7 含砂量的测定

7.1 符号及单位

含砂量以 C_s 表示, 数值以百分数计.

7.2 仪器

a. 筛框: 直径为 63.5mm, 中间带有 200 目筛网, 用金属制成;

b. 小漏斗: 直径大的一端可套入筛框, 直径小的一端可插入含砂量管中, 用金属制成;

c. 含砂量管: 刻有可直接读出 0%~20% 含砂量的刻度和刻有“钻井液”、“水”标记, 用玻璃制成.

7.3 试验步骤

7.3.1 将待测钻井液注入含砂量管中至“钻井液”刻度线处(25mL), 再注入水至“水”刻度线处, 用手指堵住含砂量管口, 剧烈摇动.

7.3.2 将此混合物倾入洁净、润湿的筛网上, 使水和小于 200 目的固相通过筛网而排除掉, 必要时用手振击筛网, 用清水清洗筛网上的砂子, 直到水变为清亮.

7.3.3 将小漏斗套在有砂子的一端筛框上, 并把漏斗排出口插入含砂量管内, 缓慢倒置, 用水把砂子全部冲入含砂量管内, 静置使砂子下沉, 读出并记录含砂量值(以百分数计).

7.3.4 注明取样位置. 如果砂子外的粗固相(如堵漏材料)残留在筛网而进入含砂量管时, 应在报告中注明.

8 吸蓝量的测定

8.1 符号

吸蓝量以 MBC 表示.

8.2 仪器和材料

8.2.1 亚甲蓝溶液: 用标准亚甲蓝($C_{16}H_{18}N_3SCl \cdot 3H_2O$)配制成浓度为 0.01mol/L 的溶液.

亚甲蓝试剂中的含水量随放置时间而可能发生变化, 因此在每次配制溶液前要对其含水量进行测定. 将 1.000g 亚甲蓝在 $93 \pm 3^\circ C$ 下恒重, 然后按下式对亚甲蓝取样量进行校正:

$$m = 3.74 \times \frac{0.855}{m_1} \quad (9)$$

式中: m ——亚甲蓝取样量, g;

ZB / T E13 004—90

m_1 ——恒重后的亚甲蓝量, g.

8.2.2 过氧化氢溶液: 浓度为 3% (m/m).

8.2.3 硫酸溶液 ($c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2.5\text{mol/L}$).

8.2.4 注射器: 2.5mL 或 3mL.

8.2.5 锥形瓶: 250mL.

8.2.6 滴定管: 10mL.

8.2.7 移液管: 0.5mL 或 1mL 带刻度移液管.

8.2.8 量筒: 50mL.

8.2.9 搅拌棒.

8.2.10 电炉.

8.2.11 亚甲蓝试验纸或滤纸.

8.3 试验步骤

8.3.1 把 2mL (或相当于消耗 2~10mL 亚甲蓝溶液的量) 的钻井液加到盛有 10mL 水的锥形瓶中.

8.3.2 加入 15mL 过氧化氢溶液 (8.2.2) 和 0.5mL 硫酸溶液 (8.2.3), 缓慢煮沸 10min, 但不能蒸干, 用水稀释至 50mL.

8.3.3 以每次 0.5mL 的量把亚甲蓝溶液 (8.2.1) 加到锥形瓶中, 并旋摇 30s. 在固体悬浮的状态下, 用搅拌棒取一滴液体在滤纸上, 当染料在染色固体周围显出蓝色环时, 即已达到滴定终点, 如图 1 所示.

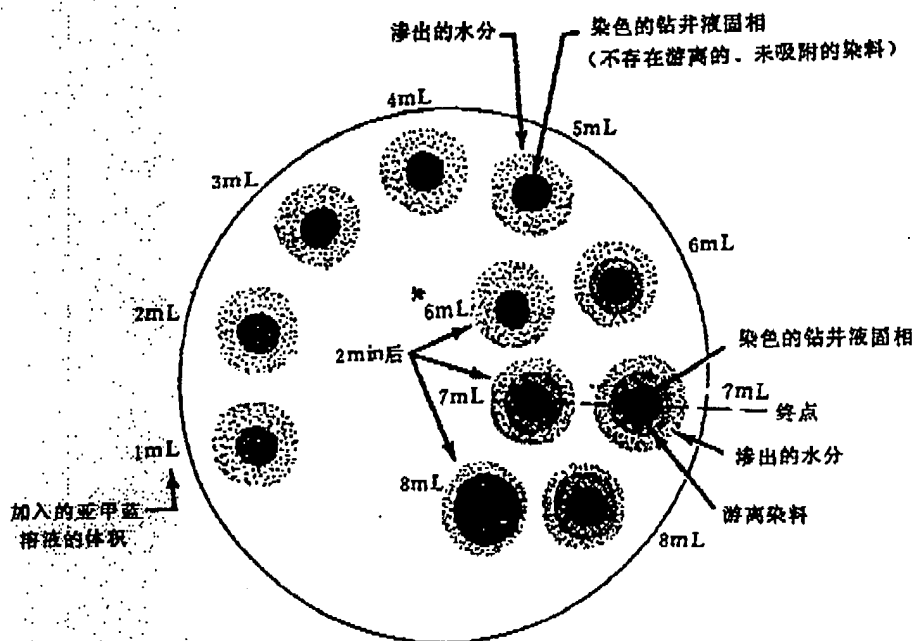


图 1

8.3.4 当蓝色环从斑点向外扩展时, 再旋摇锥形瓶 2min, 再取一滴滴在滤纸上, 如果蓝色色环仍然是明显的, 则已达到终点. 如果色环不出现, 则继续 8.3.3 试验, 直至摇 2min 后取一滴滴在滤纸上而显出蓝色环为止.

8.4 计算

8.4.1 吸蓝量计算公式

ZB / T E13 004—90

$$MBC = \frac{V_1}{V} \dots\dots\dots (10)$$

式中: V ——钻井液体积, mL;

V_1 ——滴定时所用亚甲蓝溶液体积, mL.

8.4.2 钻井液中膨润土含量计算公式

$$C_b = \frac{1000MBC}{70} \dots\dots\dots (11)$$

式中: C_b ——钻井液中膨润土含量, g/L.

9 电稳定性的测定 (用于油包水钻井液)

9.1 符号及单位

电稳定性以 E_s 表示, 单位为 V.

9.2 仪器

- a. 电稳定性测定仪: 范氏 (Fann) 电稳定性测定仪或同类产品;
- b. 温度计: 量程 0~100℃, 分度值为 1℃.

9.3 试验步骤

9.3.1 把样品温度调节在 $50 \pm 2^\circ\text{C}$ 的范围内, 并记录.

9.3.2 乳状液过 20 目筛网后置于容器中, 用电极搅拌 30s.

9.3.3 把电极插入样品中, 使乳状液没过电极表面, 同时不碰到容器壁和底部.

9.3.4 在试验过程中, 始终压住电源钮, 并保持电极不移动.

9.3.5 将带刻度的旋钮从零开始按顺时针方向旋动以增加电压, 电压增加的速率约为每秒 100~200V, 直至指示灯闪亮.

9.3.6 记录旋钮指示的电压值, 并将旋钮退回到零.

9.3.7 用滤纸擦净电极.

9.3.8 为保证其准确性, 应重复 9.3.3 至 9.3.6 的试验. 两次测定的相对误差不大于 5%.

9.4 计算

$$E_s = 2U \dots\dots\dots (12)$$

式中: E_s ——电稳定性, V;

U ——旋钮读值, V.

第二篇 钻井液滤液分析方法

10 试样

10.1 钻井液用水之试样应为自由沉降后之清液.

10.2 钻井液滤液, 使用滤失仪压取.

11 仪器和器皿

11.1 滤失仪: 规格应符合 4.2.1 条规定.

ZB / T E13 004—90

11.2 分析天平: 分度值 0.0001g.

11.3 电炉: 800~1000W.

11.4 酸度计: pH S—2 型, 带有电极等配件.

11.5 磁力搅拌器.

11.6 实验室常用玻璃仪器及配套件.

12 试剂及溶液

12.1 活性炭: 化学纯.

12.2 氢氧化钠.

12.3 氯化钠.

12.4 氯化钾.

12.5 硝酸.

12.6 盐酸.

12.7 甲醛.

12.8 硝酸银标准溶液 ($c(\text{AgNO}_3) = 0.1\text{mol/L}$): 称取 17g 硝酸银, 溶于 1000mL 水中.

12.9 乙二胺四乙酸二钠标准溶液 ($C(\text{EDTA}) = 0.01\text{mol/L}$): 称取 3.7g 乙二胺四乙酸二钠用水溶解后, 稀释至 1000mL.

12.10 四苯硼化钠标准溶液 [$c(\text{Na}(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{B}) = 0.03\text{mol/L}$]: 称取 10g 四苯硼化钠, 用水溶解后, 稀释至 1000mL.

12.11 十六烷基三甲基溴化铵标准溶液 [$c(\text{C}_{16}\text{H}_{33})(\text{CH}_3)_3\text{NBr} = 0.03\text{mol/L}$]: 称取 11g 十六烷基三甲基溴化铵, 用 250mL, 90% 的乙醇溶解后, 用水稀释至 1000mL.

12.12 氯化钡—氯化镁混合液: 称取 2.4g 二水合氯化钡和 2.0g 六水合氯化镁溶于 1000mL 水中.

12.13 氨—氯化铵缓冲溶液 ($\text{pH} \approx 10$): 称取 67.5g 氯化铵溶于 200mL 水中, 加入 570mL 浓氨水, 稀释至 1000mL.

12.14 铬黑 T 指示液 (5g/L): 称取 0.5g 铬黑 T, 溶于 40mL 三乙醇胺, 用水稀释至 100mL.

12.15 达旦黄指示液 (1g/L): 称取 0.1g 达旦黄溶于水, 稀释至 100mL.

12.16 酚酞指示液 (5g/L): 称取 0.5g 酚酞溶于 95% 的乙醇, 用乙醇稀释至 100mL.

12.17 甲基橙指示液 (1g/L): 称取 0.1g 甲基橙溶于水, 稀释至 100mL.

12.18 铬酸钾溶液 (50g/L): 称取 5g 铬酸钾溶于水, 稀释至 100mL.

12.19 钙指示剂: 称取 1g 钙试剂与 100g 氯化钠研细混合均匀.

注: ①本方法所用试剂的纯度, 除特别指明外, 均为分析纯.

②本方法所用的水为蒸馏水, 除指明外所用溶液均为水溶液.

③本方法所用试液按 GB 601《化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备》和 GB 603《化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备》的规定配制.

13 标准溶液标定

13.1 0.1mol/L 盐酸标准溶液: 称取在 270~300℃ 干燥后碳酸钠 0.11~0.13g (精确至 0.0001g), 置于锥形瓶中, 加水 20~30ml, 溶解后加入 1~2 滴甲基橙指示液 (1g/L). 用盐酸标准溶液滴定至橙色为终点, 平行做 2~3 份, 按下式计算盐酸标准溶液的浓度:

$$C(\text{HCl}) = \frac{m}{V} \times 18.87 \dots\dots\dots (13)$$

ZB/T E13 004-90

式中: $C(\text{HCl})$ ——盐酸标准溶液的浓度, mol/L ;

m ——称取基准碳酸钠的质量, g ;

V ——滴定中消耗盐酸标准溶液的体积, mL ;

18.87 ——系数, 见附录 E (参考件) E1.

13.2 0.1mol/L 硝酸银标准溶液: 称取在 500°C 干燥后的氯化钠 $0.12\sim 0.14\text{g}$ (精确至 0.0001g), 置于锥形瓶中, 加水 50mL 使之溶解, 加铬酸钾溶液 (50g/L) 1mL , 在充分摇动下, 用硝酸银标准溶液滴定至开始有砖红色沉淀出现即为终点。平行做 2~3 份, 按下式计算硝酸银标准溶液的浓度:

$$C(\text{AgNO}_3) = \frac{m}{V} \times 17.11 \dots\dots\dots (14)$$

式中: $C(\text{AgNO}_3)$ ——硝酸银标准溶液的浓度, mol/L ;

m ——称取基准氯化钠的质量, g ;

V ——滴定中消耗硝酸银标准溶液的体积, mL ;

17.11 ——系数, 见附录 E (参考件) E2.

13.3 0.01mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准溶液: 称取在 110°C 干燥后的无水碳酸钙 $0.20\sim 0.25\text{g}$ (精确至 0.0001g), 置于烧杯中, 少量水润湿后, 慢慢加入 1:1 盐酸 5mL , 使之完全溶解 (必要时可加热), 少量水稀释, 全部转入 250mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。用移液管移取 25mL 上述钙离子溶液于锥形瓶中, 加入 5mL 氨—氯化铵缓冲溶液 ($\text{pH}\approx 10$) 和 2~3 滴铬黑 T 指示液 (5g/L), 用乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定至紫红色变为蓝色即为终点, 平行做 2~3 份, 按下式计算乙二胺四乙酸二钠标准溶液的浓度:

$$c(\text{EDTA}) = \frac{m}{V} \times 0.9991 \dots\dots\dots (15)$$

式中: $c(\text{EDTA})$ ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液的浓度, mol/L ;

m ——称取无水碳酸钙的质量, g ;

V ——滴定中消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL ;

0.9991 ——系数, 见附录 E (参考件) E3.

13.4 0.03mol/L 四苯硼化钠标准溶液和 0.03mol/L 十六烷基三甲基溴化铵标准溶液: 称取在 120°C 干燥后的氯化钾 $0.21\sim 0.23\text{g}$ (精确至 0.0001g), 溶于水后全部转入 100mL 容量瓶中, 稀释至刻度。此钾离子溶液代替试液 A, 按 14.2 钾离子的测定步骤进行。

另取 20mL 蒸馏水代替试液 A, 按 14.2 法测定出四苯硼化钠标准溶液的体积 (V') 与十六烷基三甲基溴化铵标准溶液的体积 (V'') 之比 ($A = V' / V''$), 按下式计算标准溶液的浓度:

$$c[\text{Na}(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{B}] = \frac{m}{V_1 - AV_2} \times 0.6707 \dots\dots\dots (16)$$

$$c[\text{C}_{16}\text{H}_{33}(\text{CH}_3)_3\text{NBr}] = A \cdot c[\text{Na}(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{B}] \dots\dots\dots (17)$$

式中: $c[\text{Na}(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{B}]$ ——四苯硼化钠标准溶液的浓度, mol/L ;

m ——称取基准氯化钾的质量, g ;

V_1 ——滴定中加入四苯硼化钠标准溶液的体积, mL ;

ZB / T E13 004—90

V_2 ——滴定中消耗十六烷基三甲基溴化铵标准溶液的体积, mL;

A ——1.00mL十六烷基三甲基溴化铵标准溶液相当于四苯硼化钠标准溶液的毫升数;

0.6707 ——系数, 见附录E (参考件) E4;

c ($C_{16}H_{33}(CH_3)_3NBr$) ——十六烷基三甲基溴化铵标准溶液的浓度, mol/L.

14 试验方法

14.1 滤液脱色

用移液管准确移取钻井液滤液 5mL, 加入 6mol/L 硝酸溶液 1mL 和活性炭 0.5~1g, 搅拌后静置 10min, 若脱色效果不好, 可再煮沸 3~5min.

将已冷却的溶液用快速滤纸过滤, 用水洗涤 3~4 次后将活性炭倾入滤纸, 再用水淋洗之. 收集滤液, 全部转入 100mL 容量瓶中并稀释至刻度 (此为试液 A).

无色钻井液滤液可直接取 5mL 稀释至 100mL 备用 (亦即试液 A).

直接取钻井液滤液 5mL 稀释至 100mL 备用 (此为试液 B).

14.2 钾离子的测定

14.2.1 用移液管移取 20mL 试液 A 于 100mL 容量瓶中, 加入 20% (m/m) 的氢氧化钠溶液 1mL, 36% (m/m) 的甲醛溶液 1mL, 10% (m/m) 的乙二胺四乙酸二钠溶液 2mL, 再用移液管移取 0.03mol/L 四苯硼化钠标准溶液 50mL, 用水稀释至刻度, 摇匀后静置 10min.

用干燥的漏斗、烧杯、慢速定性滤纸, 过滤上述溶液, 并弃去开始得到的 5~10mL 滤液后得到的滤液为滤液 C. 用移液管移取 25mL 滤液 C 于锥形瓶中, 加入达旦黄指示液 (1g/L) 5 滴, 用 0.03mol/L 十六烷基三甲基溴化铵标准溶液滴定至肉色变为浅粉红色为终点. 记录消耗十六烷基三甲基溴化铵标准溶液的体积.

14.2.2 计算

$$\rho(K^+) = \frac{\frac{1}{4}c_1V_1 - c_2V_2}{V_0} \times 3.910 \times 10^6 \quad (18)$$

式中: $\rho(K^+)$ ——滤液中钾离子的含量, mg/L;

c_1 ——四苯硼化钠标准溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——加入四苯硼化钠标准溶液的体积, mL;

c_2 ——十六烷基三甲基溴化铵标准溶液的浓度, mol/L;

V_2 ——消耗十六烷基三甲基溴化铵标准溶液的体积, mL;

V_0 ——所取滤液 C 的体积, mL;

3.910×10^6 ——系数, 见附录 E (参考件) E5.

14.3 钙离子的测定

14.3.1 用移液管移取 20mL 试液 A 于锥形瓶中, 加入 1:2 三乙醇胺溶液 2mL, 摇匀, 再用 2mol/L 氢氧化钠调节至 pH 值为 12~14, 加入约 30mg 钙指示剂 (12.19), 用 0.01mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定至由紫红色变为纯蓝色为终点, 记录消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积.

14.3.2 计算

$$\rho(Ca^{2+}) = \frac{cV}{V_0} \times 8.016 \times 10^5 \quad (19)$$

ZB/T E13 004-90

式中: $\rho(\text{Ca}^{2+})$ ——滤液中钙离子的含量, mg/L ;
 c ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液的浓度, mol/L ;
 V ——消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL ;
 V_0 ——所取试液 A 的体积, mL ;
 8.016×10^5 ——系数, 见附录 E (参考件) E6.

14.4 镁离子的测定

14.4.1 用移液管移取 20mL 试液 A 于锥形瓶中, 加入 1:2 的三乙醇胺溶液 2mL, 摇匀, 再加入氨—氯化铵缓冲溶液 ($\text{pH} \approx 10$) 5mL, 加入铬黑 T 指示液 (5g/L) 6 滴, 用 0.01mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定至由紫红色变为纯蓝色为终点, 记录消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积。

14.4.2 计算

$$\rho(\text{Mg}^{2+}) = \frac{c(V_1 - V)}{V_0} \times 4.860 \times 10^5 \dots\dots\dots (20)$$

式中: $\rho(\text{Mg}^{2+})$ ——滤液中镁离子的含量, mg/L ;
 c ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液的浓度, mol/L ;
 V_1 ——14.4.1 中消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL ;
 V ——14.3.1 中消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL ;
 V_0 ——所取试液 A 的体积, mL ;
 4.860×10^5 ——系数, 见附录 E (参考件) E7.

14.5 氯离子的测定

14.5.1 用移液管移取 20mL 试液 A 于锥形瓶中, 加入蒸馏水 10mL 和酚酞指示液 (5g/L) 1 滴 (用 0.1mol/L 氢氧化钠或 0.1mol/L 硝酸溶液调至粉红色刚刚消失), 加入铬酸钾溶液 (50g/L) 10 滴 (约 0.5mL), 用 0.1mol/L 硝酸银标准溶液滴定至刚刚有砖红色沉淀出现为终点, 记录消耗硝酸银标准溶液的体积。

14.5.2 计算

$$\rho(\text{Cl}^-) = \frac{cV}{V_0} \times 7.090 \times 10^3 \dots\dots\dots (21)$$

式中: $\rho(\text{Cl}^-)$ ——滤液中氯离子的含量, mg/L ;
 c ——硝酸银标准溶液的浓度, mol/L ;
 V ——消耗硝酸银标准溶液的体积, mL ;
 V_0 ——所取试液 A 的体积, mL ;
 7.090×10^3 ——系数, 见附录 E (参考件) E8.

14.6 硫酸根离子的测定

14.6.1 用移液管移取 20mL 试液 A 于锥形瓶中, 加入 1:2 的三乙醇胺溶液 2mL, 再用移液管移取氯化钡—氯化镁混合液 (12.12) 10mL, 加入氨—氯化铵缓冲溶液 ($\text{pH} \approx 10$) 5mL, 铬黑 T 指示液 (5g/L) 6 滴, 用 0.01mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定至由紫红色变为纯蓝色即为终点, 记录消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积。

14.6.2 用移液管移取氯化钡—氯化镁混合液 (12.12) 10mL 于锥形瓶中, 加入蒸馏水 20mL, 1:2 的三乙醇胺溶液 2mL 和氨—氯化铵缓冲溶液 ($\text{pH} \approx 10$) 5mL, 铬黑 T 指示液 (5g/L) 6 滴, 用

ZB / T E13 004—90

0.01mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定至由紫红色变为纯蓝色即为终点, 记录消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积。

14.6.3 计算

$$\rho(\text{SO}_4^{2-}) = \frac{c(V_3 - V_2 + V_1)}{V_0} \times 1.921 \times 10^6 \quad (22)$$

式中: $\rho(\text{SO}_4^{2-})$ ——滤液中硫酸根离子的含量, mg/L;

c ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——14.4.1 中消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL;

V_2 ——14.6.1 中消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL;

V_3 ——14.6.2 中消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL;

V_0 ——所取试液 A 的体积, mL;

1.921×10^6 ——系数, 见附录 E (参考件) E9。

14.7 碳酸根离子的测定

14.7.1 用移液管移取 20mL 试液 B 于锥形瓶中, 加入酚酞指示液 (5g/L) 2~3 滴, 用 0.1mol/L 盐酸标准溶液滴定至红色刚刚消失, 记录消耗盐酸标准溶液的体积 (V_1)。

14.7.2 在上述溶液中, 再加入甲基橙指示液 (1g/L) 2~3 滴, 继续用 0.1mol/L 盐酸标准溶液滴定至溶液显橙色即为终点, 记录消耗盐酸标准溶液的体积 (V_2)。

14.7.3 计算

a. 当 $V_1 > V_2$ 时

$$\rho(\text{CO}_3^{2-}) = \frac{cV_2}{V_0} \times 1.200 \times 10^6 \quad (23)$$

$$\rho(\text{OH}^-) = \frac{c(V_1 - V_2)}{V_0} \times 3.402 \times 10^5 \quad (24)$$

b. 当 $V_1 < V_2$ 时

$$\rho(\text{CO}_3^{2-}) = \frac{cV_1}{V_0} \times 1.200 \times 10^6 \quad (25)$$

$$\rho(\text{HCO}_3^-) = \frac{c(V_2 - V_1)}{V_0} \times 1.220 \times 10^6 \quad (26)$$

c. 当 $V_1 = V_2$ 时

$$\rho(\text{CO}_3^{2-}) = \frac{c(V_1 + V_2)}{V_0} \times 6.001 \times 10^5 \quad (27)$$

ZB / T E13 004—90

d. 当 $V_1=0$, $V_2 \neq 0$ 时

$$\rho(\text{HCO}_3^-) = \frac{cV_2}{V_0} \times 1.220 \times 10^6 \dots\dots\dots (28)$$

e. 当 $V_1 \neq 0$, $V_2=0$ 时

$$\rho(\text{OH}^-) = \frac{cV_1}{V_0} \times 3.402 \times 10^5 \dots\dots\dots (29)$$

式中: $\rho(\text{CO}_3^{2-})$ ——滤液中碳酸根离子的含量, mg/L; $\rho(\text{OH}^-)$ ——滤液中氢氧根离子的含量, mg/L; $\rho(\text{HCO}_3^-)$ ——滤液中碳酸氢根离子的含量, mg/L; c ——盐酸标准溶液的浓度, mol/L; V_1 ——酚酞变色时, 即 14.7.1 消耗盐酸标准溶液的体积, mL; V_2 ——从酚酞变色到甲基橙变色, 即 14.7.2 消耗盐酸标准溶液的体积, mL; V_0 ——所取试液 B 的体积, mL; 1.200×10^6 ——系数, 见附录 E (参考件) E10; 3.402×10^5 ——系数, 见附录 E (参考件) E10; 6.001×10^5 ——系数, 见附录 E (参考件) E10; 1.220×10^6 ——系数, 见附录 E (参考件) E10.

14.7.4 试液应为未经硝酸脱色处理过的滤液制成, 若滤液有色, 则用酸度计代替指示剂, 测定过程如下:

a. 用移液管移取未经脱色之滤液 5mL 于 100mL 容量瓶中, 稀释至刻度 (此为试液 B);

b. 用移液管移取 20mL 试液 B 于 50mL 烧杯中, 用酸度计准确测定试液的 pH 值;

c. 用 0.1mol/L 盐酸标准溶液, 滴定至溶液的 pH 值为 8.30, 记录消耗盐酸标准溶液的体积 (V_1);d. 继续用 0.1mol/L 盐酸标准溶液滴定至 pH 值为 4.30, 记录消耗盐酸标准溶液的体积 (V_2),注意: $V_E = V_1 + V_2$;

e. 按 14.7.3 的关系式计算含量.

14.8 钠离子的测定

14.8.1 用差减法计算. 所测阴离子的物质的量浓度与阳离子的物质的量浓度之差, 即为钠离子的物质的量浓度.

14.8.2 计算

$$\rho(\text{Na}^+) = (\sum c_{\text{阴}} - \sum c_{\text{阳}}) \times 22.99 \dots\dots\dots (30)$$

$$\sum c_{\text{阴}} = \frac{\rho(\text{Cl}^-)}{35.45} + \frac{2\rho(\text{SO}_4^{2-})}{96.06} + \frac{2\rho(\text{CO}_3^{2-})}{60.01} + \frac{\rho(\text{OH}^-)}{17.01} + \frac{\rho(\text{HCO}_3^-)}{61.02} \dots\dots\dots (31)$$

$$\sum c_{\text{阳}} = \frac{2\rho(\text{Ca}^{2+})}{40.08} + \frac{2\rho(\text{Mg}^{2+})}{24.30} + \frac{\rho(\text{K}^+)}{39.10} \dots\dots\dots (32)$$

ZB / T E13 004—90

式中: $\rho(\text{Na}^+)$ ——滤液中的钠离子的含量, mg/L ;

22.99 ——钠离子的摩尔质量, g/mol ;

$\rho(\text{Cl}^-)$, $\rho(\text{SO}_4^{2-})$, $\rho(\text{CO}_3^{2-})$, $\rho(\text{OH}^-)$, $\rho(\text{HCO}_3^-)$, $\rho(\text{Ca}^{2+})$, $\rho(\text{Mg}^{2+})$, $\rho(\text{K}^+)$ ——

14.2~14.7 中各有关离子的测定数值, mg/L 。

14.9 滤液碱度的计算

用 14.7.1 和 14.7.2 测定出的 V_1 和 V_2 , 按下式计算:

滤液酚酞碱度 (P_f)

$$P_f = \frac{cV_1}{V_0} \times 10^3 \quad \dots\dots\dots (33)$$

滤液甲基橙碱度 (M_f)

$$M_f = \frac{c(V_1 + V_2)}{V_0} \times 10^3 \quad \dots\dots\dots (34)$$

式中: c ——盐酸标准溶液的浓度, mol/L ;

V_1 ——酚酞变色时消耗盐酸标准溶液的体积, mL ;

V_2 ——从酚酞变色到甲基橙变色消耗盐酸标准溶液的体积, mL ;

V_0 ——所取试液 B 体积, mL ;

10^3 ——系数, 见附录 E (参考件) E11。

14.10 钻井用水

14.10.1 实验方法与滤液相同, 但取样量改为 50mL。

14.10.2 计算方法。由于未经稀释, 应将计算公式中的 5/100 (见附录 E (参考件) E5~E11) 去掉。

14.11 注意事项

各项滤液离子, 可根据需要选择测定。

ZB / T E13 004—90

附录 A
钻井液用水试验报告格式
(补充件)

钻井液用水试验报告

委托单位:

试验编号:

取样地点:

取样日期:

取样者:

试验单位:

报告编号:

收样日期:

收样者:

分析者:

测定项目	含量 mg/L	物质的量浓度 mol/L	测定项目	含量 mg/L	物质的量浓度 mol/L
K ⁺			Cl ⁻		
Na ⁺			SO ₄ ²⁻		
Ca ²⁺			CO ₃ ²⁻		
Mg ²⁺			HCO ₃ ⁻		
			OH ⁻		
阳离子总值			阴离子总值		
总矿化度					
水性系数	$\frac{c(\text{Na}^+)}{c(\text{Cl}^-)} = \quad , \quad \frac{c(\text{Na}^+) - c(\text{Cl}^-)}{c(\frac{1}{2}\text{SO}_4^{2-})} = \quad , \quad \frac{c(\text{Cl}^-) - c(\text{Na}^+)}{c(\frac{1}{2}\text{Mg}^{2+})} =$				

审核

年 月 日

ZB / T E13 004—90

附录 B
钻井液滤液试验报告格式

(补充件)

钻井液滤液试验报告

委托单位:

井 位:

取样井段:

取样日期:

取 样 者:

试验单位:

试样编号:

报告编号:

收 样 者:

分 析 者:

测定项目	含量 mg/L	备 注	测定项目	含量 mg/L	备 注
K ⁺			Cl ⁻		
Na ⁺			SO ₄ ²⁻		
Ca ²⁺			CO ₃ ²⁻		
Mg ²⁺			HCO ₃ ⁻		
pH			OH ⁻		
M _r			P _r		

评定意见:

审核

年 月 日

ZB / T E13 004—90

附录 C
钻井液用水水型分类

(补充件)

水型分类, 以物质的量浓度值计算下列比值得出的水性系数来确定水型。

$$\text{当 } \frac{c(\text{Na}^+)}{c(\text{Cl}^-)} > 1 \text{ 时}$$

$$\frac{c(\text{Na}^+) - c(\text{Cl}^-)}{c(\frac{1}{2}\text{SO}_4^{2-})} < 1, \text{ 为硫酸钠型.}$$

$$\frac{c(\text{Na}^+) - c(\text{Cl}^-)}{c(\frac{1}{2}\text{SO}_4^{2-})} > 1, \text{ 为重碳酸钠型.}$$

$$\text{当 } \frac{c(\text{Na}^+)}{c(\text{Cl}^-)} < 1 \text{ 时}$$

$$\frac{c(\text{Cl}^-) - c(\text{Na}^+)}{c(\frac{1}{2}\text{Mg}^{2+})} < 1, \text{ 为氯化镁型.}$$

$$\frac{c(\text{Cl}^-) - c(\text{Na}^+)}{c(\frac{1}{2}\text{Mg}^{2+})} > 1, \text{ 为氯化钙型.}$$

ZB / T E13 004—90

附录 D

钻井液中石灰和石膏的测定

(参考件)

D1 钻井液碱度与石灰含量的测定

D1.1 用注射器移取钻井液 1mL 于锥形瓶中, 加入 50mL 蒸馏水, 加入 2~3 滴酚酞指示液 (5g/L), 用 0.1mol/L 盐酸标准溶液滴定至红色消失, 记录消耗盐酸标准溶液的体积。

D1.2 计算

$$P_M = \frac{cV}{0.02} \dots\dots\dots (D1)$$

$$\text{石灰含量} = 0.74 (P_M - P_T \times F_w) \text{ (单位: mg/L)} \dots\dots\dots (D2)$$

式中: P_M ——钻井液碱度;

c ——盐酸标准溶液的浓度, mol/L;

V ——消耗盐酸标准溶液的体积, mL;

P_T ——滤液酚酞碱度 (见 14.9);

F_w ——钻井液中水的体积百分含量, 由固相含量测定仪测出。

D2 钻井液中石膏的测定

D2.1 用注射器移取 5mL 钻井液于 400mL 烧杯中, 加入 245mL 蒸馏水, 搅拌 15min, 用快速定性滤纸过滤, 弃去混浊部分滤液。

D2.2 用移液管移取 10mL 上述清液, 按 14.3 条钙离子测定方法进行。

D2.3 计算

$$\text{a. 总石膏含量} = \frac{cV}{V_0} \times 6.805 \times 10^6 \text{ (单位: mg/L)} \dots\dots\dots (D3)$$

$$\text{b. 滤液中石膏含量} = \rho (\text{Ca}^{2+}) \times 3.396 \text{ (单位: mg/L)} \dots\dots\dots (D4)$$

$$\text{c. 未溶解石膏含量} = \frac{cV}{V_0} \times 6.805 \times 10^6 - F_w \cdot \rho (\text{Ca}^{2+}) \times 3.396 \text{ (单位: mg/L)} \dots\dots\dots (D5)$$

式中: c ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液的浓度, mol/L;

V ——消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL;

V_0 ——所取清液的体积, mL;

$\rho (\text{Ca}^{2+})$ ——按 14.3 条步骤测定的钙离子的含量, mg/L;

F_w ——钻井液中水的体积百分含量。

ZB / T E13 004—90

附录 E
系数的推导
(参考件)

E1 公式 (13)

$$c(\text{HCl}) = \frac{m}{V \times 0.05299} = \frac{m}{V} \times 18.87$$

式中: $c(\text{HCl})$ ——盐酸标准溶液的浓度, mol/L;
 V ——消耗盐酸标准溶液的体积, mL;
 m ——基准碳酸钠的质量, g;
 0.05299 ——与 1.00mL 盐酸标准溶液 ($c(\text{HCl}) = 1.000\text{mol/L}$) 相当的以克表示的无水碳酸钠的质量。

E2 公式 (14)

$$c(\text{AgNO}_3) = \frac{m}{V \times 0.05844} = \frac{m}{V} \times 17.11$$

式中: $c(\text{AgNO}_3)$ ——硝酸银标准溶液的浓度, mol/L;
 m ——基准氯化钠的质量, g;
 V ——消耗硝酸银标准溶液的体积, mL;
 0.05844 ——与 1.00mL 硝酸银标准溶液 ($c(\text{AgNO}_3) = 1.000\text{mol/L}$) 相当的以克表示的氯化钠的质量。

E3 公式 (15)

$$c(\text{EDTA}) = \frac{m \times 25 / 250}{V \times 0.10009} = \frac{m}{V} \times 0.9991$$

式中: $c(\text{EDTA})$ ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液的浓度, mol/L;
 m ——无水碳酸钙的质量, g;
 V ——消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL;
 0.10009 ——与 1.00mL 乙二胺四乙酸二钠标准溶液 ($c(\text{EDTA}) = 1.000\text{mol/L}$) 相当的以克表示的无水碳酸钙的质量。

E4 公式 (16)

$$c[\text{Na}(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{B}] = \frac{m \times (20 / 100) \times (25 / 100)}{(V_1 - AV_2) \times 0.07455}$$

$$= \frac{m}{V_1 - AV_2} \times 0.6707$$

ZB / T E13 004—90

$$c(\text{C}_{16}\text{H}_{33}(\text{CH}_3)_3\text{NBr}) = A \cdot c(\text{Na}(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{B})$$

式中: $c(\text{Na}(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{B})$ ——四苯硼化钠标准溶液的浓度, mol/L;

m ——基准氯化钾的质量, g;

V_1 ——加入四苯硼化钠标准溶液的体积, mL;

V_2 ——消耗十六烷基三甲基溴化铵标准溶液的体积, mL;

A ——1.00mL 十六烷基三甲基溴化铵标准溶液相当于四苯硼化钠标准溶液的毫升数;

0.07455——与 1.00mL 四苯硼化钠标准溶液 $\{c(\text{Na}(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{B}) = 1.000\text{mol/L}\}$ 相当的以克

表示的氯化钾的质量;

$c(\text{C}_{16}\text{H}_{33}(\text{CH}_3)_3\text{NBr})$ ——十六烷基三甲基溴化铵标准溶液的浓度, mol/L.

E5 公式 (18)

$$\begin{aligned}\rho(\text{K}^+) &= \frac{\frac{1}{4}c_1V_1 - c_2V_2}{V_0 \times (5/100) \times (20/100)} \times 39.10 \times 10^3 \\ &= \frac{\frac{1}{4}c_1V_1 - c_2V_2}{V_0} \times 3.910 \times 10^6\end{aligned}$$

式中: $\rho(\text{K}^+)$ ——滤液中钾离子的含量, mg/L;

c_1 ——四苯硼化钠标准溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——加入四苯硼化钠标准溶液的体积, mL;

c_2 ——十六烷基三甲基溴化铵标准溶液的浓度, mol/L;

V_2 ——消耗十六烷基三甲基溴化铵标准溶液的体积, mL;

V_0 ——所取滤液 C 的体积, mL;

39.10——钾离子的摩尔质量, g/mol.

E6 公式 (19)

$$\begin{aligned}\rho(\text{Ca}^{2+}) &= \frac{cV}{V_0 \times 5/100} \times 40.08 \times 10^3 \\ &= \frac{cV}{V_0} \times 8.016 \times 10^5\end{aligned}$$

式中: $\rho(\text{Ca}^{2+})$ ——滤液中钙离子的含量, mg/L;

c ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液的浓度, mol/L;

V ——消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL;

V_0 ——所取试液 A 的体积, mL;

40.08——钙离子的摩尔质量, g/mol.

E7 公式 (20)

$$\rho(\text{Mg}^{2+}) = \frac{c(V_1 - V_2)}{V_0 \times 5/100} \times 24.30 \times 10^3$$

ZB / T E13 004—90

$$= \frac{c (V_1 - V_2)}{V_0} \times 4.860 \times 10^5$$

式中: $\rho (\text{Mg}^{2+})$ ——滤液中镁离子的含量, mg/L ;

c ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液的浓度, mol/L ;

V_1 ——14.4.1 中消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL ;

V_2 ——14.3.1 中消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL ;

V_0 ——所取试液 A 的体积, mL ;

24.30 ——镁离子的摩尔质量, g/mol .

E8 公式 (21)

$$\rho (\text{Cl}^-) = \frac{cV}{V_0 \times 5/100} \times 35.45 \times 10^3$$

$$= \frac{cV}{V_0} \times 7.090 \times 10^5$$

式中: $\rho (\text{Cl}^-)$ ——滤液中氯离子的含量, mg/L ;

c ——硝酸银标准溶液的浓度, mol/L ;

V ——消耗硝酸银标准溶液的体积, mL ;

V_0 ——所取试液 A 的体积, mL ;

35.45 ——氯离子的摩尔质量, g/mol .

E9 公式 (22)

$$\rho (\text{SO}_4^{2-}) = \frac{c (V_3 - V_2 + V_1)}{V_0 \times 5/100} \times 96.06 \times 10^3$$

$$= \frac{c (V_3 - V_2 + V_1)}{V_0} \times 1.921 \times 10^6$$

式中: $\rho (\text{SO}_4^{2-})$ ——滤液中硫酸根离子的含量, mg/L ;

c ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液的浓度, mol/L ;

V_1 ——14.4.1 中消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL ;

V_2 ——14.6.1 中消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL ;

V_3 ——14.6.2 中消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL ;

V_0 ——所取试液 A 的体积, mL ;

96.06 ——硫酸根离子的摩尔质量, g/mol .

E10 公式 (23)、(24)、(26)、(27)

a. 当 $V_1 > V_2$ 时

ZB / T E13 004—90

$$\rho(\text{CO}_3^{2-}) = \frac{2cV_2}{V_0 \times 5/100} \times \frac{60.01}{2} \times 10^3$$

$$= \frac{cV_2}{V_0} \times 1.200 \times 10^6$$

$$\rho(\text{OH}^-) = \frac{c(V_1 - V_2)}{V_0 \times 5/100} \times 17.01 \times 10^3$$

$$= \frac{c(V_1 - V_2)}{V_0} \times 3.402 \times 10^5$$

b. 当 $V_1 < V_2$ 时

$$\rho(\text{HCO}_3^-) = \frac{c(V_2 - V_1)}{V_0 \times 5/100} \times 61.20 \times 10^3$$

$$= \frac{c(V_2 - V_1)}{V_0} \times 1.220 \times 10^6$$

c. 当 $V_1 = V_2$ 时

$$\rho(\text{CO}_3^{2-}) = \frac{c(V_1 + V_2)}{V_0 \times 5/100} \times \frac{60.01}{2} \times 10^3$$

$$= \frac{c(V_1 + V_2)}{V_0} \times 6.001 \times 10^5$$

式中: $\rho(\text{CO}_3^{2-})$ ——滤液中碳酸根离子的含量, mg/L;

$\rho(\text{OH}^-)$ ——滤液中氢氧根离子的含量, mg/L;

$\rho(\text{HCO}_3^-)$ ——滤液中碳酸氢根离子的含量, mg/L;

c ——盐酸标准溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——酚酞变色时, 即 14.7.1 消耗盐酸标准溶液的体积, mL;

V_2 ——从酚酞变色到甲基橙变色, 即 14.7.2 消耗盐酸标准溶液的体积, mL;

V_0 ——所取试液 B 的体积, mL;

60.01——碳酸根离子的摩尔质量, g/mol;

17.01——氢氧根离子的摩尔质量, g/mol;

61.02——碳酸氢根离子的摩尔质量, g/mol.

E11 公式 (33)

滤液酚酞碱度 (P_f)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKewed/SLANTED IMAGES**
- ☒ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.